



Travaux Pratique

Chimie Organique C243

RECRISTALLISATION



Zouhair EL ALLALI – Soukaina EL HOUFADI

TP3A

1. But De TP

Ce TP consiste à purifier un cristal par recristallisation dans un solvant adéquat. Ainsi sera introduit les facultés permettant de choisir le bon solvant suivant le cristal à purifier.

2. Classement des Solvants selon la polarité

Pour classer des solvants la polarité on peut juste les classer selon leur constante diélectrique (permittivité diélectrique).

D'abord Il existe deux grandes classes de solvants :

Les solvants aprotiques. Dans ces solvants tous les hydrogènes sont liés à des atomes de carbone.

Les solvants protiques. Dont certains atomes d'hydrogène sont liés à un hétéroatome tels que O, N.

A noter que pour ces solvants, il existe deux autres paramètres très importants :

La constante diélectrique (ϵ) : La constante diélectrique indique la capacité d'un solvant à séparer les charges.

Le moment dipolaire (μ) : Le moment dipolaire dépend de la distance qui sépare deux charges.

Les solvants aprotiques sont donc séparés en deux catégories, les solvants aprotiques apolaires (ϵ et μ sont faibles) et aprotique polaire (ϵ et μ sont élevés).

Nos Solvants sont Ether, H₂O et Pentane.

- H₂O a une constante diélectrique qui égale 80.1.
- Pentane a une constante diélectrique qui égale 1.80 mais il 'est classé dans les solvants apolaires.
- Ether a une constante diélectrique qui égale 4.4.

Donc il suffit de classer juste les solvants polaires qui sont : H₂O et Ether

Ether a une polarité faible par rapport a celle de l'eau

Ether < Eau

3. But de la Recristallisation

La recristallisation est une technique de purification des solides. Le principe de base réside dans la différence de solubilité à froid et à chaud du produit à purifier, dans un solvant bien choisi : le produit à purifier est soluble à chaud, mais pas à froid dans le solvant, en revanche les impuretés seront toujours solubles à froid dans ce solvant car présentes en faible quantité, la solution ne sera pas saturée en impuretés même à froid.

Sachant qu'en général, la solubilité d'un solide diminue avec la température, la recristallisation consiste donc à :

- a) Dissoudre le produit brut dans le minimum de solvant à ébullition.

- b) Éliminer les impuretés insolubles à chaud (filtration à chaud)
- c) Refroidir la solution. Le produit cristallise seul, en laissant les impuretés en solution dans le solvant.
- d) Récupérer le solide désiré par filtration sur Büchner.

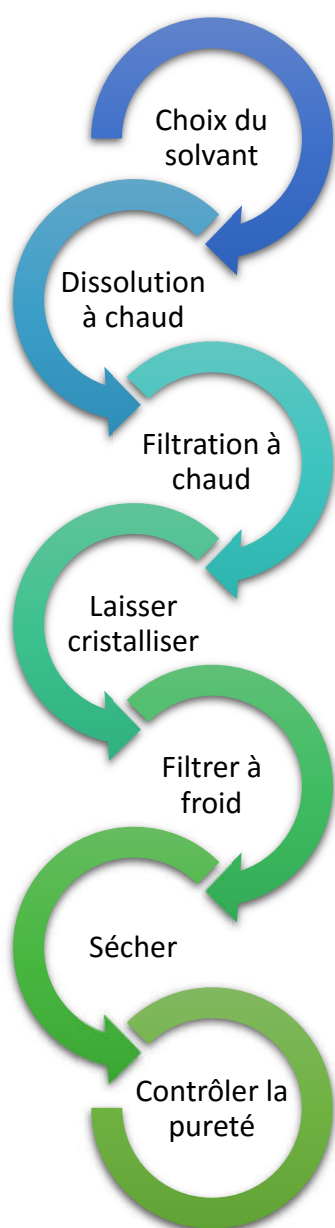
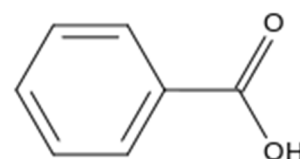
4. Organigramme De La Manipulation

➤ Choix de Solvant

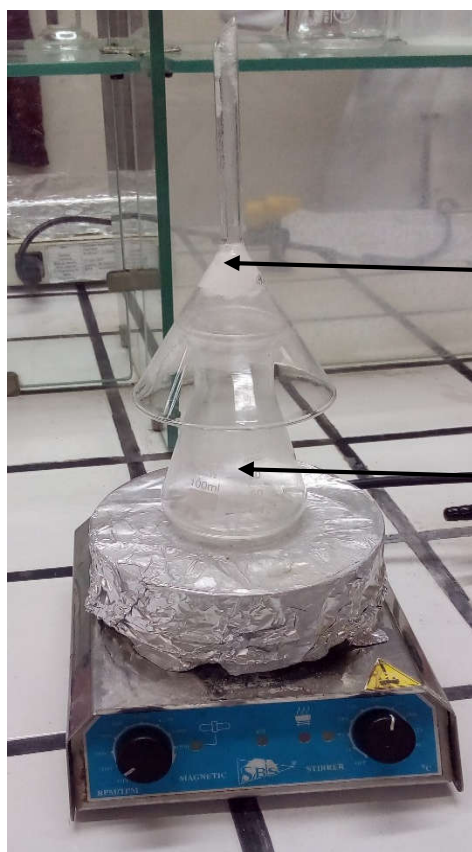
Il faut savoir qu'un bon solvant de recrystallisation, est un solvant où la solubilité du solide est nulle (ou presque) à température ambiante est maximale (ou presque, aussi) à la température d'ébullition du solvant de recrystallisation.

Il est généralement conseillé dans le mode opératoire. Si on veut améliorer le solvant de recrystallisation, il faut être patient et tester les solvants classiques puis les mélanges de solvants en tenant compte des deux facteurs principaux :

- Le respect de la polarité
- Le respect de l'écart de solubilité du composé à chaud et à froid

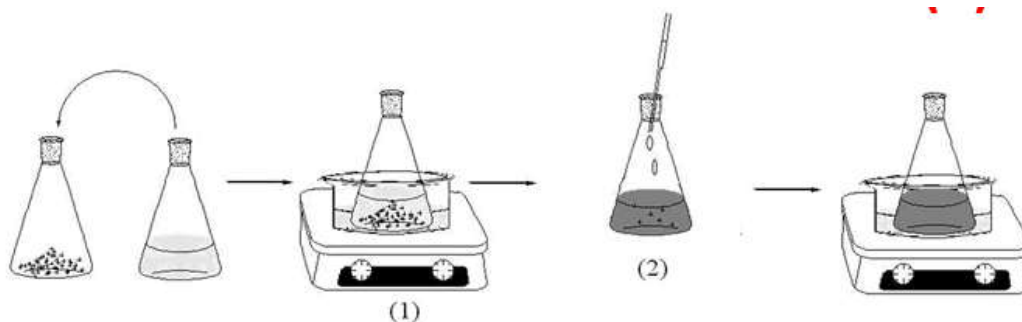


➤ Dissolution à chaud



Entonnoir

Erlenmeyer



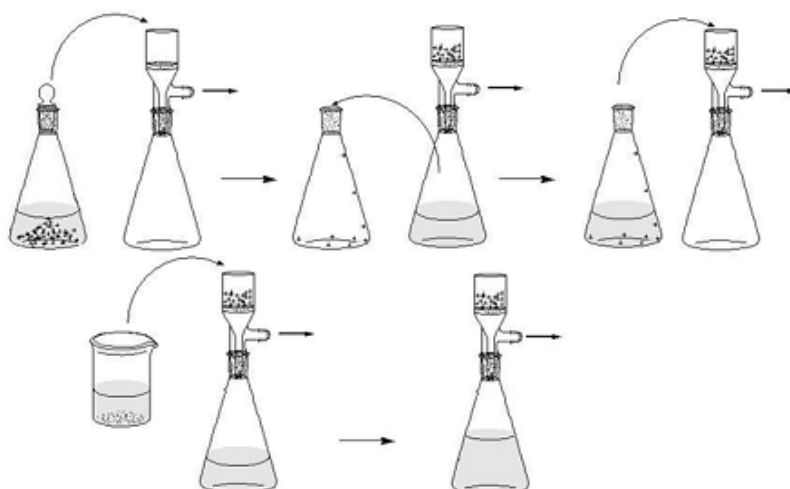
➤ Filtration à chaud

L'opération de filtration à chaud se réalise soit en plaçant un dispositif de filtration par gravité sur une plaque chauffante, soit en utilisant un chauffe-entonnoir.

Attention aux vapeurs de solvants volatiles.

Précautions lors d'une filtration à chaud :

- Entonnoir à tige courte de large diamètre
- Léger excès de solvant pour éviter la sursaturation
- Préchauffer l'entonnoir



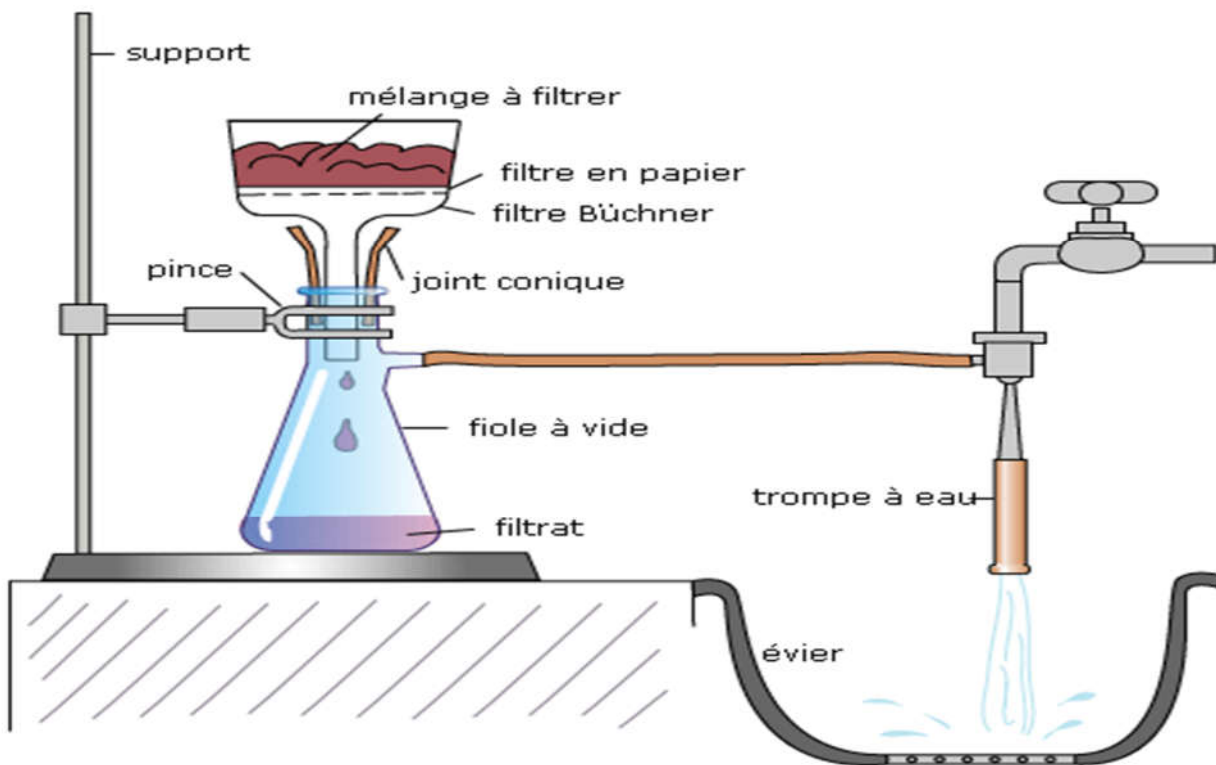
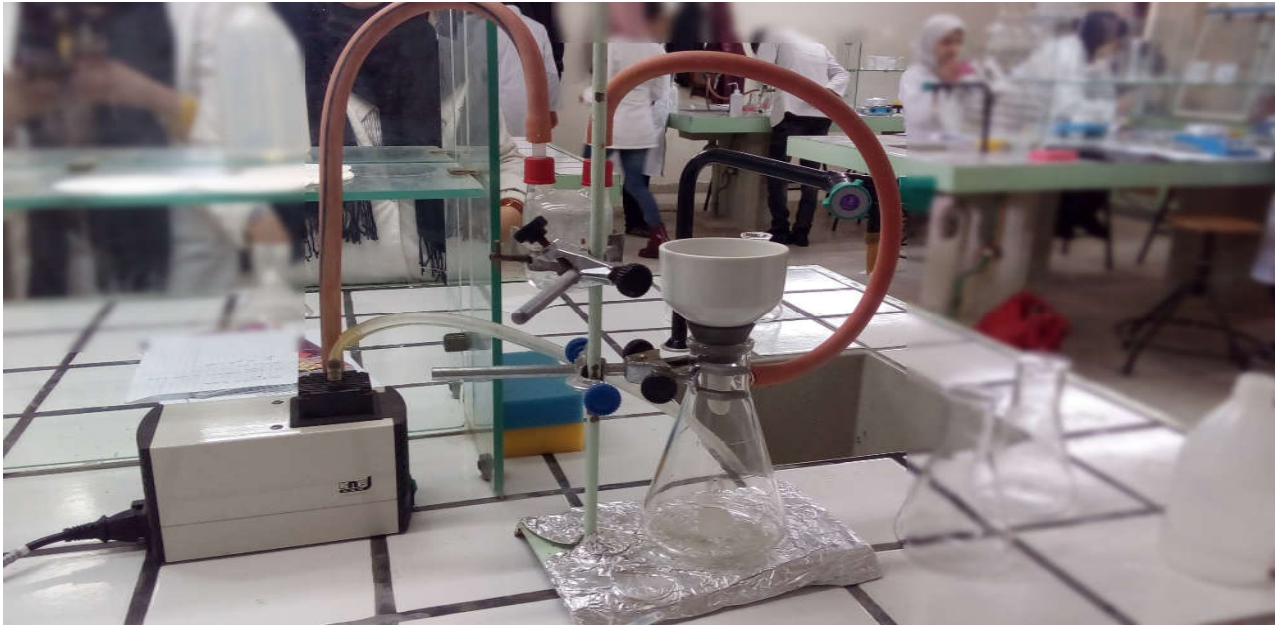
Il peut être nécessaire de réévaporer le solvant après filtration.

➤ Laisser cristalliser

- Si la solution refroidie trop vite, de petits cristaux impurs sont formés.
- Si la solution refroidie trop lentement, la cristallisation trop lente laisse le temps aux impuretés et au solvant de venir s'enfermer dans le cristal.



- Filtrer à froid



La filtration sous vide est une technique de filtration rapide pour séparer un solide d'un liquide.

L'eau en s'écoulant dans la trompe à eau aspire l'air contenu dans le flacon laveur et dans la fiole à vide. Ainsi il y a une différence de pression entre l'extérieur et l'intérieur des fioles : le contenu de l'entonnoir Büchner est aspiré vers la fiole à vide. Le filtre posé dans le fond de l'entonnoir Büchner sépare le solide du liquide.

Le solide (résidu de filtration), qui reste dans le haut de l'entonnoir Büchner, est alors récupéré plus efficacement : il est beaucoup plus sec que lors d'une filtration simple.

Le joint conique permet d'assurer l'étanchéité du montage, en empêchant le passage de l'air entre l'entonnoir Büchner et la fiole à vide. Il maintient le vide dans le montage et permet également d'éviter des contraintes physiques (verre contre verre).

5. Type Des Impureté éliminé par filtration chaud

Les Impuretés insoluble à chaud.

6. Point de fusion avant et après la fusion

7. Le rôle de la pierre a ponce

Réguler l'ébullition

8. Condition pour recristalliser un produit

Notre Produit doit être plus soluble dans un solvant chaud que dans le même solvant froid.

9. Les critères des choix d'un solvant de

recristallisation

- Le solide à purifier doit y être nettement plus soluble à chaud qu'à froid.
- Les impuretés doivent y être très insolubles même à chaud ou très soluble même à froid.
- La température d'ébullition du solvant doit être inférieure au point de fusion du solide.

10. Problème à rencontrer lors d'une

recristallisation

Une recristallisation intempestive.

11. Montage de chauffage dans le cas d'une

recristallisation utilisant un autre solvant que l'eau